

PAT-NO: JP410253259A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 10253259 A

TITLE: MATERIAL OF ROLLER FOR ROLLER HEARTH FURNACE AND
MANUFACTURE THEREOF

PUBN-DATE: September 25, 1998

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

SATO, AKIHIKO

SAKAMOTO, KAZUHISA

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
TOKAI KONETSU KOGYO CO LTD	N/A

APPL-NO: JP09076554

APPL-DATE: March 12, 1997

INT-CL (IPC): F27B009/24, C04B035/565 , C04B041/88

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide the material of roller, capable of being employed optimally for the roller of a roller hearth furnace for effecting quick heating treatment of ceramic products, electronic parts or the like and excellent especially in the accuracy of warpage as well as resistance to creep, and the manufacturing method of the same.

SOLUTION: The material of roller for roller hearth furnace is constituted of the composite composition of SiC-Si, in which the pores of recrystallized SiC sintered body having the average diameter of 10 μ m or more are filled with metallic Si so as to obtain the containing rate of metallic Si of 10-30wt.%. The material of roller is manufactured by a method wherein organic binder and water are added to SiC powder to knead, mold, heat and dry to obtain recrystallized SiC sintered body having average pore diameter of 10 μ m or more through heat treatment at the temperature of 1900-2300°C in non-oxidizing atmosphere, while the sintered body is contacted with the molten solution of metallic Si to fill the metallic Si into the pores of the recrystallized SiC sintered body so as to have the content of 10-30wt.%.

COPYRIGHT: (C)1998,JPO

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-253259

(43)公開日 平成10年(1998)9月25日

(51)Int.Cl.⁶

F 27 B 9/24

C 04 B 35/565

41/88

識別記号

F I

F 27 B 9/24

R

C 04 B 41/88

U

35/56

101Y

審査請求 未請求 請求項の数2 FD (全4頁)

(21)出願番号

特願平9-76554

(71)出願人 000219750

東海高熱工業株式会社

東京都新宿区西新宿6丁目14番1号

(22)出願日

平成9年(1997)3月12日

(72)発明者 佐藤 明彦

愛知県名古屋市南区鶴里町1丁目59番601号

(72)発明者 坂本 和久

愛知県知立市栄2丁目38番地

(74)代理人 弁理士 福田 保夫 (外1名)

(54)【発明の名称】 ローラハース炉用ローラ材及びその製造方法

(57)【要約】

【課題】 セラミックス製品や電子部品等を急速加熱処理するローラハース炉のローラとして好適に用いることができる、特に反り精度および耐クリープ性に優れたローラ材及びその製造方法を提供する。

【解決手段】 平均気孔径が10μm以上の再結晶質SiC焼結体の気孔に金属Siが充填され、金属Siの含有率が10~30重量%のSiC-Si複合組成から成るローラハース炉用ローラ材。また、その製造方法はSiC粉に有機バインダー及び水を加えて混練、成形したのち加熱乾燥し、非酸化性雰囲気中1900~2300°Cの温度で熱処理して得られた平均気孔径10μm以上の再結晶質SiC焼結体に、金属Siの融液を接触させて再結晶質SiC焼結体の気孔中に金属Siを10~30重量%の含有率で充填する。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 平均気孔径が $10\text{ }\mu\text{m}$ 以上の再結晶質SiC焼結体の気孔に金属Siが充填され、金属Siの含有率が10~30重量%のSiC-Si複合組成からなることを特徴とするローラハース炉用ローラ材。

【請求項2】 SiC粉に有機バインダー及び水を加えて混練、成形したのち加熱乾燥し、非酸化性雰囲気中 $1900\sim2300^\circ\text{C}$ の温度で熱処理して得られた平均気孔径 $10\text{ }\mu\text{m}$ 以上の再結晶質SiC焼結体に、金属Siの融液を接触させて再結晶質SiC焼結体の気孔中に金属Siを10~30重量%の含有率で充填することを特徴とするローラハース炉用ローラ材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、セラミックス製品や電子部品等を急速加熱処理するローラハース炉のローラとして好適に用いることのできる、特に反りが少なく、耐クリープ性に優れたローラ材およびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、各種セラミックス製品や電子部品等の製造において急速加熱する必要性が増大するとともに、従来のアッシャー型炉に替わり連続的に搬送するローラハース炉への転換が図られてきた。一般にローラハース炉用ローラには耐熱性、高温強度、耐熱衝撃性、耐摩耗性、耐食性などの材質特性に優れていることが必要であり、従来からムライトが使用されている。ムライトは高温においても安定で耐熱性は優れているが、耐熱衝撃性や高温強度が低く、熱冷サイクルの繰り返しによりクラックや材質破損が生じ易い欠点がある。

【0003】そこで、ムライトに比べて耐熱衝撃性や高温強度が高いSiC系のローラ材の検討が行われている。SiC材は上記の耐熱性、高温強度、耐熱衝撃性、耐摩耗性、耐食性などの材質特性に優れており、SiC粉粒を焼結する方法で製造される。例えば、再結晶焼結法はSiC粉末を成形したのち 2000°C 以上の温度で熱処理してSiC粒子の再配列と粒成長作用によりSiC粒子相互を強固に結合焼結するものである。

【0004】しかしながら、再結晶焼結法により製造されたSiC焼結体には多数の気孔が存在する。そのため表面の平滑性が低く、ローラ材として使用するのは不適である。そこで、SiC焼結体中に存在する気孔に、高温で融解した金属Siの融液を含浸して組織の緻密化を図る方法（例えば特公昭54-10825号公報）も行われている。

【0005】また、反応焼結法はSiC粉末と炭素粉末とを混合して成形した混合成形体に高温で融解した金属Siの融液を含浸して加熱し、Si融液の一部を成形体中の炭素と反応させて生成したSiC（二次SiC）により成形体中のSiC（一次SiC）を結合焼結し、残

2

余のSiが気孔を充填するものである。

【0006】反応焼結法で製造されたSiC焼結体を用いたSiC系ローラとして、例えば特開昭58-48619号公報には、主としてSiCおよびSiから成り、そのSi含有率が5~25重量%で、且つ開気孔率が0.5%以下であることを特徴とする金属熱処理炉用ハースロールが提案されている。しかしながら、反応焼結SiC焼結体は二次SiCが生成する過程で変形が起こり易く、また二次SiCによる一次SiCを強固に結合焼結することが難しいために、耐クリープ性が不充分となり易い難点がある。したがって、ローラとして基本的に要求される反り精度および耐クリープ性が低下する問題がある。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】このように、従来の反応焼結SiC焼結体や再結晶焼結SiC焼結体はローラ材として、特に急速加熱処理するローラハース炉用のローラ材として反り精度や耐クリープ性の点で難点があり、長期に亘って安定使用することができないという問題点がある。このため、SiC系ローラ材はムライト質ローラ材に比べて優れた耐熱衝撃性や高温強度を有しながら、全面的にムライト質ローラ材に代替することが困難となっている。

【0008】本発明者らは、再結晶焼結SiC焼結体を対象にして、特定気孔径を有する再結晶質SiC焼結体の気孔に所定量の金属Siを含浸充填した場合には、耐熱衝撃性や高温強度を損なうことなく、反り精度および耐クリープ性の向上を図ることができることを見い出した。

【0009】本発明は上記の知見に基づいて開発されたものであり、その目的は高い耐熱衝撃性および高温強度を備えるとともに高温変形が少なく、反り精度ならびに耐クリープ性の優れたローラハース炉用ローラ材及びその製造方法を提供することにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するための本発明によるローラハース炉用ローラ材は、平均気孔径が $10\text{ }\mu\text{m}$ 以上の再結晶質SiC焼結体の気孔に金属Siが充填され、金属Siの含有率が10~30重量%のSiC-Si複合組成からなることを構成上の特徴とする。

【0011】また、その製造方法は、SiC粉に有機バインダー及び水を加えて混練、成形したのち加熱乾燥し、非酸化性雰囲気中 $1900\sim2300^\circ\text{C}$ の温度で熱処理して得られた平均気孔径 $10\text{ }\mu\text{m}$ 以上の再結晶質SiC焼結体に、金属Siの融液を接触させて再結晶質SiC焼結体の気孔中に金属Siを10~30重量%の含有率で充填することを構成上の特徴とする。

【0012】

【発明の実施の形態】本発明のローラハース炉用ローラ

材は、再結晶焼結法で得られたSiC焼結体を基材とする。この再結晶質SiC焼結体は原料SiC粒子の再配列と粒成長によりSiC粒子相互が結合焼結したもので、気孔が多く存在する傾向があるが、本発明においては、気孔として平均気孔径が10μm以上であることが必要である。平均気孔径を10μm以上にするためには充分に再結晶焼結することによりSiC粒子とSiC粒子間を強固緊密な結合組織とすることにより行われる。なお、平均気孔径が大きくなると気孔中に含浸した金属Si融液が漏出し易くなり充分に充填することが難しくなるため、平均気孔径は30μm以下であることが好ましい。平均気孔径が10μm未満の場合には再結晶による焼結が不充分であり、SiC粒子とSiC粒子の結合組織が弱いために金属Si融液の含浸充填時に変形し易く、更に反り精度および耐クリープ性の低下を招くこととなる。

【0013】再結晶質SiC焼結体の気孔に含浸する金属Siの充填量は、金属Siの含有率が10～30重量%の範囲に設定制御することが必要である。すなわち、金属Siを充填したSiC-Si材はSiCが90～70重量%、Siが10～30重量%の複合組成から成る。金属Siの含有率が10重量%未満では残存する気孔が多く気孔率が高くなるために耐酸化性が低下し、また30重量%を越えると必然的に気孔率の高い基材を用いることとなり、結果的に反り精度および耐クリープ性が劣るものとなるためである。なお、再結晶質SiC焼結体の気孔率は10～40%の範囲であることが望ましい。

【0014】また、本発明のローラハース炉用ローラ材の製造方法は、先ず原料となるSiC粉にメチセルロースやグリセリン等の有機バインダーおよび水を加えて充分に混練し、混練物を加圧成形や鋳込成形等の適宜な手段により所望形状に成形したのち加熱乾燥して水および有機バインダーを除去し、次いで窒素、アルゴン等の非酸化性雰囲気中で1900～2300℃の温度で熱処理することによって、基材となる再結晶質SiC焼結体を得る。この場合、SiC粉の粒度調整、有機バインダーの混合比率等を変えることにより基材の気孔性状を調

節することができるが、平均気孔径を10μm以上とするためには熱処理温度を1900℃以上に設定してSiC粒子を充分に粒成長させることが必要である。熱処理温度が1900℃未満では再結晶化が充分に進まず、平均気孔径を10μm以上とすることができない。一方、熱処理温度が2300℃を越えると再結晶時の粒成長が著しくなって、平均気孔径は大きくなるが強度低下を招くこととなるため、熱処理温度は1900～2300℃の範囲に設定される。

10 【0015】このようにして得られた平均気孔径10μm以上の再結晶質SiC焼結体に金属Siを接触させた状態で加熱し、金属Siを溶融させることにより金属Siの融液は毛細管現象により再結晶質SiC焼結体の気孔中に含浸して充填される。この場合に、充填するSi量はSiC焼結体に対して10～30重量%の含有率の範囲に設定される。すなわち、金属Siを充填したSiC-Si材はSiCが90～70重量%、Siが10～30重量%の複合組成割合に制御される。

【0016】

20 【実施例】以下、本発明の実施例を比較例と対比して具体的に説明する。

【0017】実施例1～4、比較例1～4平均粒子径の異なるSiC粉に、有機バインダーとしてメチセルロース及び水を用い、これらの混合比を変えて充分に混練し、混練物を押し出し成形により外径35mm、内径25mm、長さ2000mmのパイプ状に成形した。これらの成形体を乾燥後、アルゴンガス雰囲気中で加熱温度を変えて熱処理し、気孔性状の異なる再結晶質SiC焼結体を作製した。次いで、これらの再結晶質SiC焼結体の上に金属Siを敷き詰め、アルゴンガス雰

30 囲気中で1800℃の温度に加熱して金属Siを溶融させ、再結晶質SiC焼結体の気孔中に金属Si融液を異なる量比で含浸して、金属Siを充填した。このようにして得られたSiC-Si複合材について、再結晶焼結時の熱処理温度、SiC焼結体の気孔性状および充填した金属Siの含有率を表1に示した。

【0018】

【表1】

例No.	熱処理温度 (℃)	SiC焼結体の気孔性状		金属Siの含有率 (重量%)
		平均気孔径 (μm)	気孔率 (%)	
実施例1	2100	20	23	15
実施例2	2100	20	27	21
実施例3	2200	25	23	15
実施例4	2200	25	27	21
比較例1	1800	6	23	10
比較例2	2400	30	23	15
比較例3	2100	20	23	5
比較例4	2500	40	40	35

【0019】次に、これらSiC-Si複合材のローラ材としての性能を評価するために、下記の方法により特性を測定して、その結果を表2に示した。

(1) 反り精度；JIS R2203に準じて定板の上にローラを置き、ローラと定板との隙間の最大値h(mm)を測定し、次式から反りWa(%)を求めた。

$$Wa = h / l \times 100 \quad \text{但し } l \text{ はローラの長さ (mm)}$$

(2) 耐クリープ性；各ローラから切り出した4×10×280mmの試験片を、1300℃の温度において250mmのスパンで800gの荷重を掛けた状態で1000時間保持後の変形量で評価した。

(3) 耐酸化性；JIS R1609に準じて1300℃ *

*の温度で測定し、測定前後の重量増加率で示した。

(4) 高温強度；JIS R1604に準じて1300℃の温度で測定した。

(5) 耐熱衝撃性；各ローラから切り出した試験片を300℃に加熱したのち水中に投下急冷し、JIS R1601に準じた方法で強度試験を実施し、下記の判定基準により劣化の状況を評価した。

○…劣化が認められない

△…やや劣化有り

×…劣化有り

【0020】

【表2】

例No.	反り精度 (%)	耐クリープ性 変形量(mm)	耐酸化性 (%)	高温強度 (MPa)	耐熱衝撃性
実施例1	0.1	0.15	1.3	180	○
実施例2	0.1	0.12	1.4	190	○
実施例3	0.1	0.18	1.2	150	△
実施例4	0.1	0.16	1.2	170	○
比較例1	0.3	0.36	3.2	70	×
比較例2	0.1	0.28	2.8	100	△
比較例3	0.1	0.52	6.1	60	×
比較例4	0.3	0.47	1.5	90	△

【0021】表1、2の結果から、実施例のSiC-Si複合材は、本発明の要件を外れる比較例に比べて反り精度および耐クリープ性が優れており、高温変形が少ないことが判る。また、耐酸化性、高温強度ならびに耐熱衝撃性も高く、ローラハース炉用のローラとして優れた性能を具备するものである。

【0022】

【発明の効果】以上のとおり、本発明のローラハース炉※50

※用ローラ材によれば、高い耐酸化性、高温強度、耐熱衝撃性を備えるとともに、優れた反り精度および耐クリープ性を有し、従来のライト質ローラに代替してセラミックス製品や電子部品等の急速加熱を主目的とするローラハース炉用のローラ材として極めて有用である。またその製造方法によれば、これら高性能を備えるローラ材を容易かつ能率よく製造することが可能である。